"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель руководителя ГЦИ СИ
"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"
_____ В.С.Александров

15 июня 2005 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ

Simultix 12

фирмы
"Rigaku Corporation", Япония.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

г.р. 29751-05

Руководитель отдела
ГЦИ СИ "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"
_____Л.А.Конопелько
"_15___" июня___ 2005

Старший научный сотрудник
_____М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2005

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные **Simultix 12,** изготавливаемые фирмой "Rigaku Corporation", Япония и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации[1]. Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности	6.1	Да	Да
2	Проверка сопротивления изоляции	6.2	Нет	Да
3	Испытание изоляции на прочность	6.3	Нет	Да*
4	Проверка мощности экспозиционной дозы	6.4	Да	Да
5	Подготовка к поверке	6.5	Да	Да
6	Определение метрологических характеристик	6.6	Да**	Да**
7	Определение метрологических характеристик по НД на МВИ	-	Да***	Нет

*выполняется после ремонта, связанного с полной сборкой-разборкой прибора;
**при отсутствии НД по ГОСТ Р 8.563 на МВИ;
***при наличии НД по ГОСТ Р 8.563 на МВИ;

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1. Стандартные образцы КО-83 (кобальт); КО-81 (кремний), СО КО-100 (титан) по Каталогу "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева. Эталонные материалы". СПб.,2004 г., раздел 10.02.

2.2. Мегомметр, номинальное напряжение 500 В, класс точности 1, типа М1101.

2.3. Установка для проверки электрической прочности изоляции, мощность 0,25 кВА, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц, типа УПО-3000 или аналогичная.

2.4. Дозиметр ДКС-АТ 1123.

Допускается использование других средств поверки, в том числе стандартных образцов, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометра.

3.2. Требования к квалификации поверителей:

К проведению измерений при поверке допускаются лица:

- знающие основы ренгенофлуоресцентного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы с ренгенофлуоресцентными спектральными средствами измерений;
- изучившие техническое описание и методику поверки прибора.

[1] В эксплуатации допускается проводить поверку в соответствии с МИ2531-99 "ГСИ Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации".

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 15...25
- атмосферное давление, кПа 90,6...104,8
- относительная влажность воздуха, % 30...80
- питание - сети переменного тока
  - напряжением, В 187...232
  - частотой, Гц 49...51

Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки спектрометр следует прогреть в течение не менее двух часов.

5.2. Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности прибора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Проверка сопротивления изоляции.

Проверка сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводится с помощью мегомметра типа М1101 на 500 В, подключенного между контактом заземления и каждым контактом вилки. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если его сопротивление изоляции не менее 30 МОм.

6.3. Испытание изоляции на электрическую прочность.

Испытание изоляции на электрическую прочность проводят с использованием установки типа УПО-3000. Между закороченными контактами сетевой вилки и контактом заземления прикладывают испытательное напряжение 1,5 кВ в течение 1 минуты. Кнопка "Сеть" должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытание, если не произошло электрического пробоя поверхностного перекрытия.

6.4. Опробование.

6.4.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.4.2. Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения анализатора. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

6.5. Проверка мощности экспозиционной дозы излучения.

Проверка мощности экспозиционной дозы излучения осуществляется с помощью дозиметра при следующих условиях: ток трубки – максимальный, напряжение на трубке 50 кВ.

Прибор считается выдержавшим испытание, если мощность эквивалентной дозы излучения на расстоянии 1 м от поверхности прибора и на расстоянии 0,1 м от поверхности прибора не превышает уровня фона.

6.6. Определение метрологических характеристик.

6.6.1. Определение контрастности

6.6.1.1. Установить в отделение для образцов стандартный образец КО-100[2]. Задать следующие условия измерений:

Аналитическая линия - Ка, Титана
Кристалл-анализатор – LiF200,
Коллиматор: S2,
Детектор: Сцинтилляционный счетчик
Напряжение на трубке : 60 kV,
Величина анодного тока: 50 mA
Угол на максимуме пика: 86,12 (^{0}2T)
Сдвиг на линии фона : 0,90 (^{0}2T)
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд,
Время измерения в точке фона: 2 секунды

6.6.1.2. Провести пять измерений интенсивности линии и пять измерений интенсивности фона.

Измерения следует проводить в режиме количественных измерений рядовых проб (пункт меню "Analysis" раздела программного обеспечения) в соответствии с руководством пользователя пакета прикладного программного обеспечения **Simultix 12.**

6.6.1.3. Вычислить среднее арифметическое значение интенсивности линии ($\mathbf{I}_{\text{линии}}$), среднее арифметическое значение интенсивности фона ($\mathbf{I}_{\text{фона}}$) и определить контрастность (K) по формуле:

$$K=(\mathbf{I}_{\text{линии}})/(\mathbf{I}_{\text{фона}}) \quad (1)$$

6.6.1.4. Установить в отделение для образцов стандартный образец КО-83[3].
Задать следующие условия измерений:

Аналитическая линия - Ка, Кобальта
Кристалл-анализатор – LiF200,
Коллиматор: S2,
Детектор: Сцинтилляционный счетчик
Напряжение на трубке : 60 kV,
Величина анодного тока: 50 mA
Угол на максимуме пика: 52,80 (^{0}2T)
Сдвиг на линии фона : -0,80 (^{0}2T)
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд,
Время измерения в точке фона: 2 секунды

6.6.1.5. Выполнить операции, указанные в п.п. 6.6.1.2 и 6.6.1.3.

6.6.1.6. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.6.2. если контрастность не менее 20 (как для кобальта, так и для титана).

6.6.2. ***Определение относительного СКО выходного сигнала.***

6.6.2.1. Установить в отделение для образцов стандартный образец КО-81[4].
Задать следующие условия измерений:

---

[2] Операция выполняется в каналах тяжелых и легких элементов.
[3] Операция выполняется для канала тяжелых элементов.
[4] Операция выполняется для канала легких элементов.

Аналитическая линия - Ka, Кремния,
Кристалл-анализатор – PET,
Коллиматор: S4,
Детектор: F-PC
Напряжение на трубке : 50kV,
Величина анодного тока: 70 mA
Угол на максимуме пика: 109,04 (^{0}2T)
Сдвиг на линии фона : -1,50 (^{0}2T)
Время измерения в максимуме пика: 20 секунд,
Время измерения в точке фона: 4 секунды.

Провести измерение интенсивности линии Ka, Кремния 10 раз.

Вычислить относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, по формуле:

$$S_r = \frac{\sqrt{[\sum_{1}^{n} (N_i - N_{cp})^2]/(n-1)}}{N_{cp}} \times 100 \qquad (1)$$

где N_{cp} - среднее значение интенсивности линии
N_i – интенсивность линии при $i^{-ом}$ измерении;
n = 10 (число измерений).

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.6.3.1, если значение относительного СКО не превышает 0,2 %.

6.6.2.2. Установить в отделение для образцов стандартный образец КО 100[5].
Задать следующие условия измерений:

Аналитическая линия - Ka, Титана
Кристалл-анализатор – LiF200,
Коллиматор: S2,
Детектор: Сцинтилляционный счетчик
Напряжение на трубке : 60 kV,
Величина анодного тока: 50 mA
Угол на максимуме пика: 86,12 (^{0}2T)
Сдвиг на линии фона : 0,90 (^{0}2T)
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд,
Время измерения в точке фона: 2 секунды

Вычислить относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, по формуле (3).
Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.6.3.1, если значение относительного СКО не превышает 0,35 %.

6.6.3. Определение метрологических характеристик фиксированных каналов

6.6.3.1. Определение относительного СКО выходного сигнала.
6.6.3.1.1. Определение производится с помощью стандартных образцов состава веществ/материалов[6], содержащих элемент, на который настроен поверяемый фиксированный канал.
6.6.3.1.2. Определение проводится при условиях, выбранных для анализа элемента, проводимого на данном канале.

---

[5] Операция выполняется для канала тяжелых элементов
[6] Разрешается проводить поверку по образцам, химический состав которых определяется с помощью арбитражных методов, изложенных в ГОСТах.

6.6.3.1.3. Провести пять последовательных измерений интенсивности выходного сигнала и рассчитать относительное СКО (S_r), выражаемое в процентах, по формуле (1). Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.6.3.1, если S_r не превышает значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля элемента в СО, %	Относительное СКО выходного сигнала, %
от 0,01 до 0,1	0,5
св. 0,1 до 1,0	0,4
св.1,0 до 10,0	0,3
св.10 до 100	0,2

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрометр рентгенофлуоресцентный Simultix 12

Зав.№ _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты проверки сопротивления изоляции _____
3. Результаты проверки эл. прочности изоляции _____
4. Результаты определения контрастности_____
5. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала_____

Заключение _____

Поверитель _____

(подпись)